

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

D-1495

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office

出願年月日

Date of Application: 2002年 7月 1日

出願番号

Application Number: 特願2002-191673

[ST.10/C]:

[JP2002-191673]

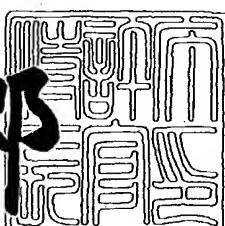
出願人

Applicant(s): 富士電機株式会社

2003年 2月 21日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3009740

【書類名】 特許願

【整理番号】 01P01411

【提出日】 平成14年 7月 1日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B01D 53/04

A61M 16/10

C01B 13/00

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式会社内

【氏名】 鴨下 友義

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式会社内

【氏名】 松田 幹彦

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式会社内

【氏名】 大島 恵司

【特許出願人】

【識別番号】 000005234

【氏名又は名称】 富士電機株式会社

【代理人】

【識別番号】 100088339

【弁理士】

【氏名又は名称】 篠部 正治

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 013099

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9715182

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 酸素の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 スターリングサイクル冷凍機によって空気を酸素の液化温度以下でかつアルゴンの液化温度以上の温度に冷却し、液化された酸素から気体状態の窒素とアルゴンを分離して液体酸素を得る工程を有することを特徴とする酸素の製造方法。

【請求項2】 請求項1に記載の酸素の製造方法において、外部より導入される空気と分離された前記の窒素とアルゴンを含むガスとを熱交換させて、外部より導入される空気を冷却することを特徴とする酸素の製造方法。

【請求項3】 PSA法により空気中の窒素を分離して酸素リッチガスを得る第1の工程と、得られた前記酸素リッチガスをスターリングサイクル冷凍機により酸素の液化温度以下でかつアルゴンの液化温度以上の温度に冷却し、液化された酸素から気体状態のアルゴンを分離して液体酸素を得る第2の工程とを有することを特徴とする酸素の製造方法。

【請求項4】 請求項1乃至3のいずれかに記載の酸素の製造方法において、前記スターリングサイクル冷凍機の出力を、前記液体酸素の温度の計測値に則り制御することを特徴とする酸素の製造方法。

【請求項5】 請求項4に記載の酸素の製造方法において、前記液体酸素の温度を該液体酸素の液中に挿入した伝熱手段を介して計測することを特徴とする酸素の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

この発明は、在宅医療用等に用いられる高純度の酸素を製造する製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、高純度の酸素の製造方法としては、PSA (Pressure Swing Adsorption)

n) を用いて大気中の酸素を窒素から分離する方法、冷凍機を用いて大気を冷却し、大気中に含まれる酸素の液化温度と、窒素等の酸素以外のガスの液化温度との差を利用し、酸素を液化して分離することにより高純度の酸素を得る方法、あるいは、PSAと冷凍機とを組み合わせて酸素を得る方法等が知られている。

【0003】

このうち、PSAを用いる方法においては、2塔式の場合、酸素とアルゴンとの分離ができないため、実際に得られる酸素濃度は90～96%に制限されており、より高純度の酸素を得るには、特開2001-87616号公報に記載されているがごとき工程が必要となる。また、冷凍機を用いる方法においても、酸素の液化温度が常圧で-183.0℃であるのに対して、アルゴンの液化温度は常圧で-185.9℃であり、両者の液化温度の差が極めて小さいので、酸素とアルゴンとの分離は困難である。したがって、例えば特開平5-203347号公報に示されているように、酸素とアルゴンを一旦液化したのち、分留して高純度の酸素を得る方法等が用いられている。

【0004】

一方、近年、在宅医療用設備としての酸素製造装置の要望が高まってきた。在宅医療用の酸素製造装置では、外出時には長時間にわたり酸素を供給する必要があるため、液化した酸素を容器に貯蔵して可搬できる構成であることが望まれている。また、このように液体酸素を容器に貯蔵して運ぶ構成の場合、酸素に比べて沸点の低いガスの濃度が高過ぎると、当初は沸点の高い酸素が気化しやすいの酸素濃度の高いガスが得られるが、時間経過とともに沸点の低い酸素以外のガスの気化量が増大し、ガス中の酸素濃度が低下して酸素欠乏を起こす危険性があるため、容器に貯蔵する場合の酸素濃度は99.5%以上とするように法律により規定されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

上記のように、近年、在宅医療用設備としての酸素製造装置の要望が高まっており、酸素濃度が99.5%以上の高純度の液体酸素を容器に貯蔵して運ぶ構成を有する酸素製造装置が要求されている。

しかしながら、従来から用いられている P S A を用いる方法では要求されている液体酸素の形態での酸素は得られず、液体酸素の形態で酸素を得るには冷凍機のごとき酸素液化装置を追加する必要があり、システムが煩雑になるという問題点がある。また、従来の冷凍機により液体酸素を得る方法では、酸素とアルゴンとの液化温度の差が極めて小さいので両者の分離は困難であり、上記の所定の高純度の液体酸素を得ることはできない。また、特開平5-203347号公報に示されている方法を採れば所定の純度の酸素を得ることができるが、分留して高純度の酸素を得ているので、アルゴンより沸点の高い酸素を液体として分離することはできない。

【0006】

本発明は、このような従来技術の現状に鑑みてなされたもので、本発明の目的は、大気中に含まれる酸素が窒素およびアルゴンと効果的に分離され、酸素濃度が 99.5 %以上の高純度の液体酸素が得られる酸素の製造方法を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】

上記の目的を達成するために、本発明においては、

- (1) 空気をスターリングサイクル冷凍機により酸素の液化温度以下でかつアルゴンの液化温度以上の温度に冷却し、液化された酸素から気体状態の窒素とアルゴンを分離して液体酸素を得る工程を備えて酸素を製造することとし、
- (2) さらに上記の(1)において、外部より導入される空気を分離された窒素とアルゴンを含むガスと熱交換させて冷却することとする。

【0008】

- (3) あるいは、P S A 法により空気中の窒素を分離して酸素リッチガスを得る第1の工程と、得られた前記酸素リッチガスをスターリングサイクル冷凍機により酸素の液化温度以下でかつアルゴンの液化温度以上の温度に冷却し、液化された酸素から気体状態のアルゴンを分離して液体酸素を得る第2の工程とを備えて酸素を製造することとする。

【0009】

(4) また、上記の(1)～(3)のいずれかにおいて、スターリングサイクル冷凍機の出力を、液体酸素の温度の計測値に則って制御することとし、さらに、液体酸素の温度をこの液体酸素の液中に挿入した伝熱手段を介して計測することとする。

【0010】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態を実施例を挙げて説明する。

<第1の実施例>

図1は、本発明の酸素の製造方法の第1の実施例が適用された酸素製造装置のシステム構成図である。本実施例は、スターリングサイクル冷凍機であるパルスチューブ式冷凍機を用いて空気を冷却し、高純度の酸素を製造するものである。図に見られるように、パルスチューブ式冷凍機は、圧縮機10、蓄冷器11、パルスチューブ12、コールドヘッド13、イナータンスチューブ14およびバッファタンク15により構成されており、蓄冷器11の一端は容器16の上面を貫通して圧縮機10に接続され、パルスチューブ12の一端も容器16の上面を貫通してイナータンスチューブ14の一端に接続されている。また、イナータンスチューブ14の他端はバッファタンク15に接続されている。圧縮機10には図示しないピストンおよびこのピストンを駆動するリニアモータが設けられており、制御装置から50 Hz程度の交流電圧をこのリニアモータに印加することによってピストンが往復運動を行い、作動流体であるヘリウムガスの圧縮／膨張に伴ってコールドヘッド13が冷却される。この冷凍機の冷却出力は、リニアモータに印加する交流電圧を制御することにより所定の値に保持される。

【0011】

容器16は、内部の空間が周囲の雰囲気から断熱されるように、例えば魔法瓶のごとき断熱容器構造に構成され、かつ、内部の空間と周囲の雰囲気は気密に保持されている。この容器16には、ガス入口17、ガス出口18および液体酸素取り出し口19が備えられている。

本構成において、ガス入口17から容器16の内部空間へと空気を導入して冷凍機を運転すると、コールドヘッド13の温度降下に伴って容器16の内部空間

の空気が冷却される。このとき、温度センサー4で測定される温度が酸素の液化温度-183.0℃以下で、アルゴンの液化温度-185.9℃以上の所定の設定温度に保持されるよう運転すれば、空気の温度が酸素の液化温度-183.0℃に到達した時点で空気中の酸素の液化が始まり、所定の設定温度に到達した時点より制御装置20により設定温度を維持するよう冷凍機の運転が制御される。このとき、図示しない送風機によりガス入口17からの空気の供給を開始すると、温度センサー4の測定温度を所定の設定温度に維持するように冷凍機の運転が制御されるとともに、供給された空気中の酸素は液化され、空気中の窒素ガスやアルゴンガスは供給された空気量に対応して、ガス出口18より排出される。

【0012】

なお、一般に、容器16の内部空間にはガス入口17から供給される空気によってガスの対流が発生するので、温度センサー4を例えばコールドヘッド13に組込んで、その測定温度が設定温度となるよう冷凍機の運転を制御すれば、製造された液体酸素の一部が空気と接触して気化してガス出口18より排出されるので、酸素の収率が低下し、かつ冷熱の系外への持ち出しが増加して効率が低下する可能性が高い。これに対して、本実施例の構成のごとく液体酸素中に浸漬される伝熱手段41に温度センサー4を組込んで、液体酸素の測定温度が設定温度となるよう冷凍機の運転を制御すれば、液体酸素の製造量の少ない運転初期においては、温度センサー4が液体酸素の液面より高い位置に露出して位置するので、ガス空間の温度の高い空気からの伝熱により温度上昇する可能性があり、これに対応して冷凍機の出力が増大する傾向をもつ。したがって、冷却出力の上昇により一部の窒素あるいはアルゴンも液化される可能性もある。運転の継続とともに、液体酸素、場合によっては上記の理由により液化された窒素等を含む液体酸素の液位が上昇して温度センサー4が液体酸素の液中に浸漬される状態となると、温度センサー4は液体酸素の液温を測定することとなり、この温度が所定の設定温度となるよう冷凍機の運転が制御されるので、運転の初期に冷却出力の上昇によって液体窒素や液体アルゴンが液中に混入することがあっても、この段階で冷却出力が適正值に低下するので、液体窒素や液体アルゴンは気化して液体酸素の液中から除外され、高純度の液体酸素が得られることとなる。したがって、本実

施例の構成のごとく液体酸素の温度を測定し、その測定温度が設定温度となるよう冷凍機の運転を制御する方法を探れば極めて好適である。また、本実施例の構成のごとく伝熱手段41を用いれば、液体酸素の液位が低い場合にも液体酸素の温度を測定することが可能となるので、運転の初期に生じる冷却出力の上昇が軽減でき、高純度の酸素を製造する上で極めて好適である。

【0013】

<第2の実施例>

図2は、本発明の酸素の製造方法の第2の実施例が適用された酸素製造装置のシステム構成図である。本実施例も、第1の実施例と同様に、スターリングサイクル冷凍機であるパルスチューブ式冷凍機を用いて空気を冷却し、高純度の酸素を製造するものであり、本実施例の第1の実施例との相違点は、容器16Aの内部に配置したコールドヘッド13に熱交換器30を取り付け、さらに熱交換器30で冷却された空気を同じく容器16Aの内部に設置した液体貯蔵タンク5に導くように構成した点にある。本構成では、ガス入口17Aより導入された空気が、熱交換器30での熱交換により冷却されたのち液体貯蔵タンク5に導かれ、液化した酸素がこの液体貯蔵タンク5に貯留される。液化しない窒素、アルゴン等を含むガスはガス出口18Aより外部へ取出される。

【0014】

本実施例の構成では、液体貯蔵タンク5に貯留される液体酸素が容器16Aの内部空間の雰囲気ガスから隔離されるので、蓄冷器11やパルスチューブ12の高温側に接する上記の雰囲気ガスの対流による熱伝導量が低減され、システムの効率が向上する。

なお、上記の第1の実施例に用いられた容器16は、例えば魔法瓶のごとき断熱容器構造に構成して内部の空間を周囲の雰囲気から断熱しているが、図2に示した第2の実施例の構成において容器16Aの内部空間を真空状態に保持することとすれば、容器16Aは気密容器でよく、この容器自体を断熱容器構造とする必要はない。このように容器16Aの内部空間を真空状態に保持すれば、液体貯蔵タンク5への熱侵入量が大幅に低減されるので、効率良く酸素を製造することができる。

【0015】

<第3の実施例>

図3は、本発明の酸素の製造方法の第3の実施例が適用された酸素製造装置のシステム構成図である。本実施例の酸素製造方法に用いられている製造装置の構成の特徴は、コールドヘッド13と熱的に一体に形成された液体貯蔵タンク5が容器6Bの内部に配置されていることがある。本構成では、ガス入口17Bより導入された空気が、コールドヘッド13と熱的に一体に形成された液体貯蔵タンク5において冷却されて酸素が液化され、液体貯蔵タンク5に貯留される。窒素等の液化しなかったガスはガス出口18Bより外部へ排出される。

【0016】

本構成においても、第2の実施例に示したものと同様に液化された液体酸素が効果的に断熱されるので、効率よく高純度の酸素を製造することができる。

<第4の実施例>

図4は、本発明の酸素の製造方法の第4の実施例が適用された酸素製造装置のシステム構成図である。本製造装置の構成の特徴は、コールドヘッド13と熱的に一体に形成された液体貯蔵タンク5Bの内部に、さらにコールドヘッド13と熱的に連結された放熱部材6が配置されていることがある。

【0017】

したがって、本構成においては、液体貯蔵タンク5Bの内部に導入された空気が放熱部材6と効果的に熱交換して効率良く液化することとなるので、特に液化処理量の大きい場合の酸素製造に好適である。

<第5の実施例>

図5は、本発明の酸素の製造方法の第5の実施例が適用された酸素製造装置のシステム構成図である。本製造装置の構成の特徴は、容器16のガス入口17より導入する空気の供給系に熱交換器3が配置され、ガス出口18より排出される低温の排出ガスとの熱交換によってあらかじめ冷却した空気を供給するよう構成されている点にある。本構成とすれば、冷凍機の所要冷却出力が大幅に低減されることとなる。

【0018】

すなわち、所要酸素供給量が 2 [l/min] の在宅医療用の酸素供給装置を例に挙げて算定すると、本在宅用酸素供給装置の酸素供給量は時間当たり 0.12 [m^3/h] であるので、0.6 [m^3/h] の空気を導入し、これに含まれる酸素を液化する必要がある。第1～第4の実施例の製造方法のごとく常温の空気を冷却して酸素を製造する場合には、約 6.0 [m^3/h] の空気を常温、例えば 20 ℃より酸素の液化温度の -183 ℃まで冷却降下させるに必要な除去熱量が、酸素（流量； 0.12 [m^3/h] 、定圧比熱； 0.92 [J/g/K] 、密度； 1.43 [kg/m³] ）について 8.9W となり、窒素（流量； 0.48 [m^3/h] 、定圧比熱； 1.04 [J/g/K] 、密度； 1.25 [kg/m³] ）について 35.2 W となり、液化温度まで冷却した酸素（凝縮熱； 210 [J/g] ）を凝縮するに必要な除去熱量 10.0 W と合わせて、54.1W の冷却出力が必要となる。したがって、冷凍機の効率を 3 % とすると約 1.8 kW の所要動力が必要となる。

【0019】

これに対して、図5の構成の酸素製造装置によって 0.12 [m^3/h] の酸素を製造する場合には、ガス入口 17 より導入された空気が、熱交換器 3 においてガス出口 18 より排出される低温の窒素ガスによって効果的に冷却される。したがって、熱交換器 3 の窒素ガスの排出温度を 5℃ とすれば、酸素の液化温度から 5℃ までの窒素の熱容量が熱交換器 3 に導入される空気の冷却降下に用いられることとなるので、冷却降下に必要な除去熱量は 32.6 W 低減され、0.60 [m^3/h] の空気を酸素の液化温度まで冷却降下させるに必要な除去熱量は 11.5 W に低減される。したがって、所要冷却出力は 21.5 W となり、冷凍機の効率を 3 % とすると所要動力は約 720W となる。この値は、熱交換器 3 を用いない製造方法における所要動力の約 40 % であり、熱交換器 3 の使用により所要動力が大幅に低下することがわかる。

【0020】

なお、本実施例においては、上記のように図1の構成の酸素製造装置の空気の供給系に熱交換器 3 を配して構成しているが、図2、図3あるいは図4の構成の酸素製造装置の空気の供給系に熱交換器 3 を配して構成することとしても、所要動力が大幅に低減されることを例示するまでもなく明らかである。

<第6の実施例>

図6は、本発明の酸素の製造方法の第6の実施例が適用された酸素製造装置のシステム構成図である。本製造装置の構成の特徴は、容器16のガス入口17より導入する空気の供給系にPSAが配置され、PSAによって窒素と分離された酸素を容器16に導入して冷却、液化し、アルゴンを分離して高純度の酸素を得るよう構成した点にある。

【0021】

所要酸素供給量が $2[1/min]$ の在宅医療用の酸素供給装置を本構成により形成すれば、冷凍機では $0.12[m^3/h]$ の酸素を液化温度まで冷却降下して凝縮すればよいので、必要な除去熱量は冷却降下に必要な8.9Wと、凝縮に必要な10.0Wとの合わせて18.9Wとなり、冷凍機の効率を3%とすると所要動力は630Wとなる。また、 $0.12[m^3/h]$ の酸素を得るために必要なPSAの消費電力は約20Wであるので、本構成の装置の消費電力の総計は650Wとなり、上記の第5の実施例の装置よりさらに70W低減される。

【0022】

なお、本実施例においては、図1の構成の酸素製造装置の空気の供給系に熱交換器3を配して構成しているが、図2、図3あるいは図4の構成の酸素製造装置をの空気の供給系にPSA2を配して構成することとしてもよい。

【0023】

【発明の効果】

上述のように、本発明によれば、

(1) 請求項1に記載のごとき方法によって酸素を製造することとしたので、大気中に含まれる酸素が、窒素およびアルゴンと効果的に分離され、酸素濃度が99.5%以上の高純度の液体酸素が得られることとなった。

【0024】

(2) また、請求項2あるいは3のごとき方法を用いれば、空気あるいは酸素を冷却降下するに必要な冷凍機の所要冷却能力が低減され、少ない消費電力で製造が可能となるので、酸素濃度が99.5%以上の高純度の液体酸素を製造する製造方法として好適である。

(3) また、請求項4、さらには請求項5に記載のごとき方法を用いれば、液化された酸素の温度制御を適正に行うことが可能となるので、酸素濃度が99.5%以上の高純度の液体酸素を安定して製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の酸素の製造方法の第1の実施例が適用された酸素製造装置のシステム構成図

【図2】

本発明の酸素の製造方法の第2の実施例が適用された酸素製造装置のシステム構成図

【図3】

本発明の酸素の製造方法の第3の実施例が適用された酸素製造装置のシステム構成図

【図4】

本発明の酸素の製造方法の第4の実施例が適用された酸素製造装置のシステム構成図

【図5】

本発明の酸素の製造方法の第5の実施例が適用された酸素製造装置のシステム構成図

【図6】

本発明の酸素の製造方法の第6の実施例が適用された酸素製造装置のシステム構成図

【符号の説明】

2 PSA

3 熱交換器

4 温度センサー

5, 5B 液体貯蔵タンク

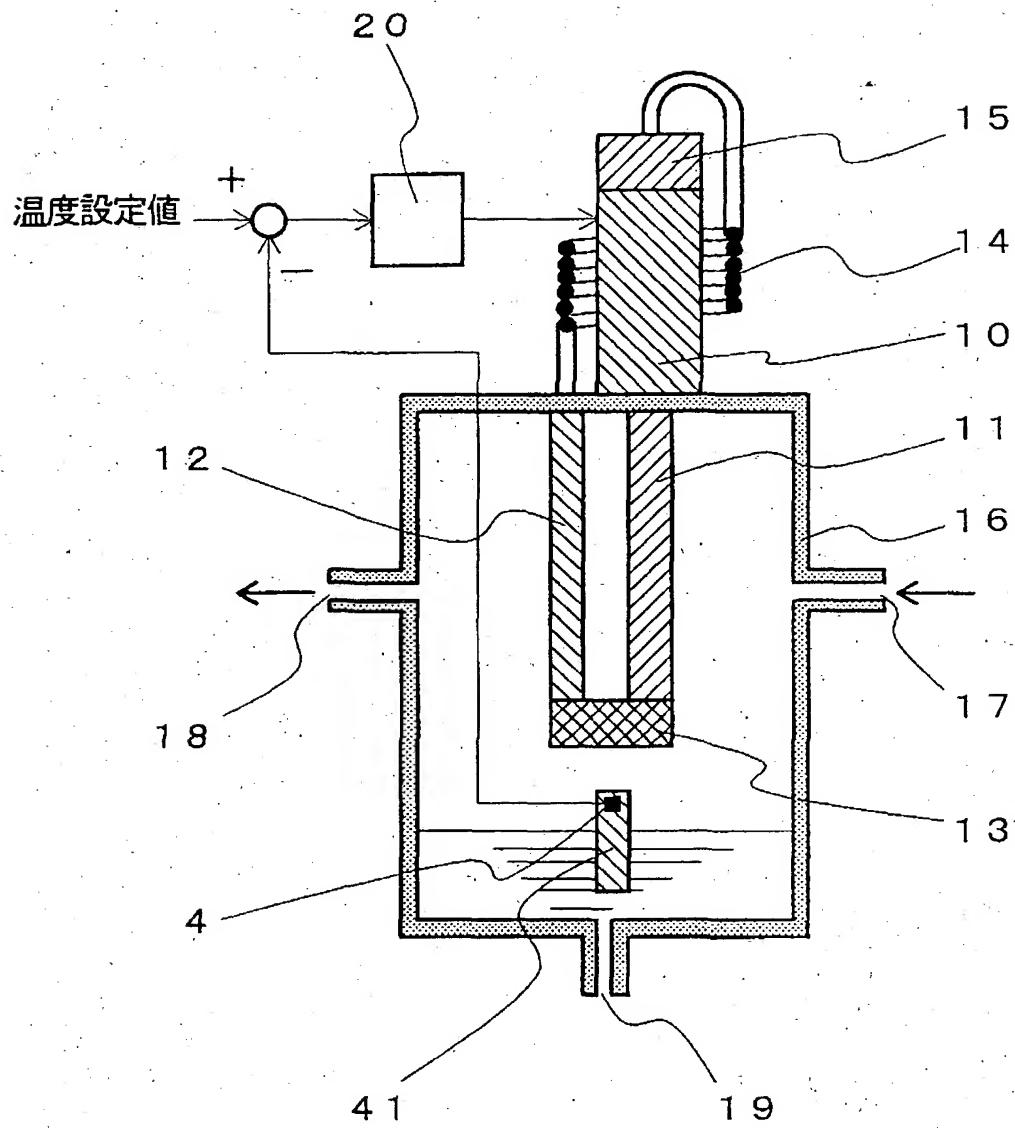
6 放熱部材

10 圧縮機

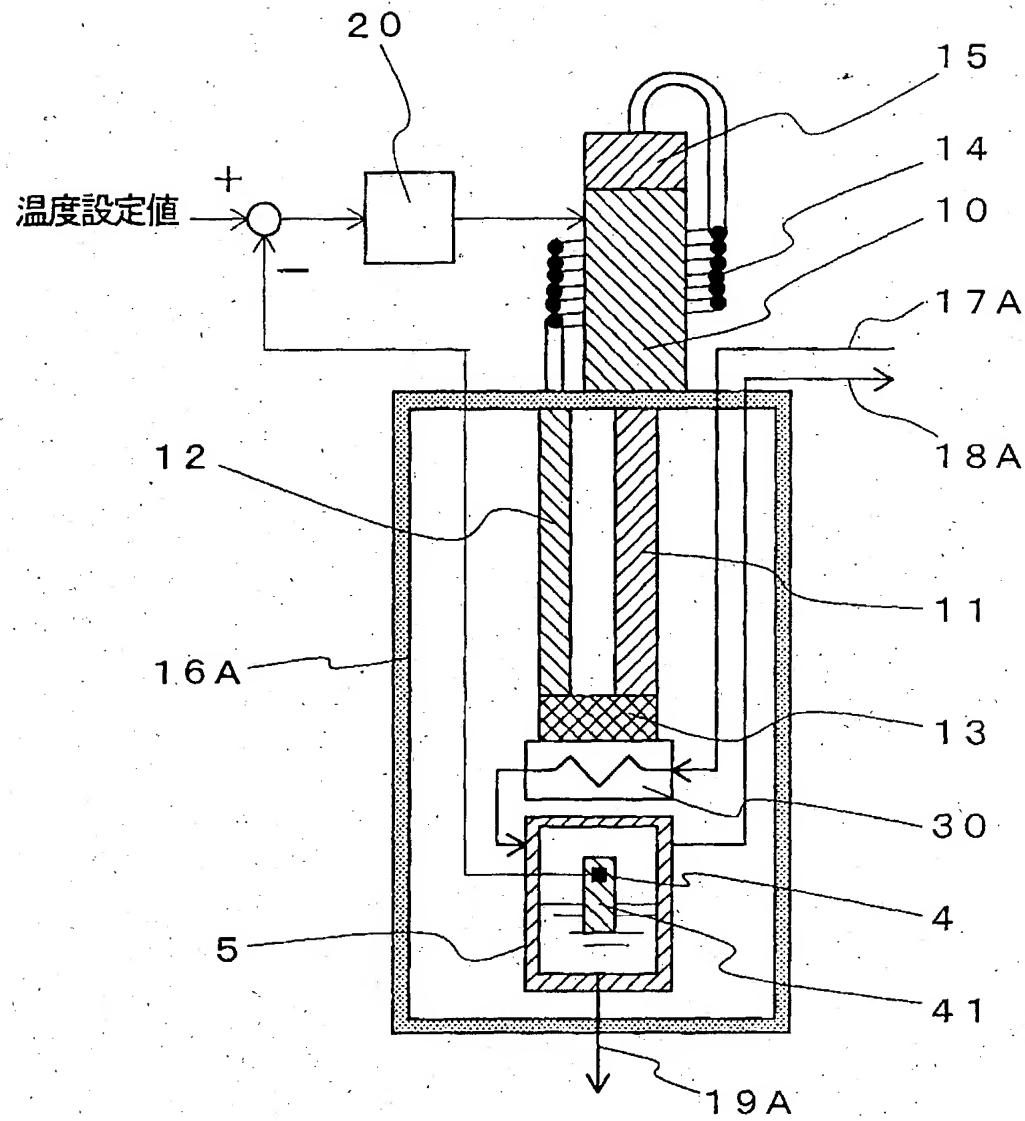
- 1 1 蓄冷器
- 1 2 パルスチューブ
- 1 3 コールドヘッド
- 1 4 イナータンスチューブ
- 1 5 バッファタンク
- 1 6, 1 6 A, 1 6 B 容器
- 1 7, 1 7 A, 1 7 B ガス入口
- 1 8, 1 8 A, 1 8 B ガス出口
- 1 9, 1 9 A, 1 9 B 液体酸素取り出し口
- 2 0 制御装置
- 3 0 熱交換器
- 4 1 伝熱手段

【書類名】 図面

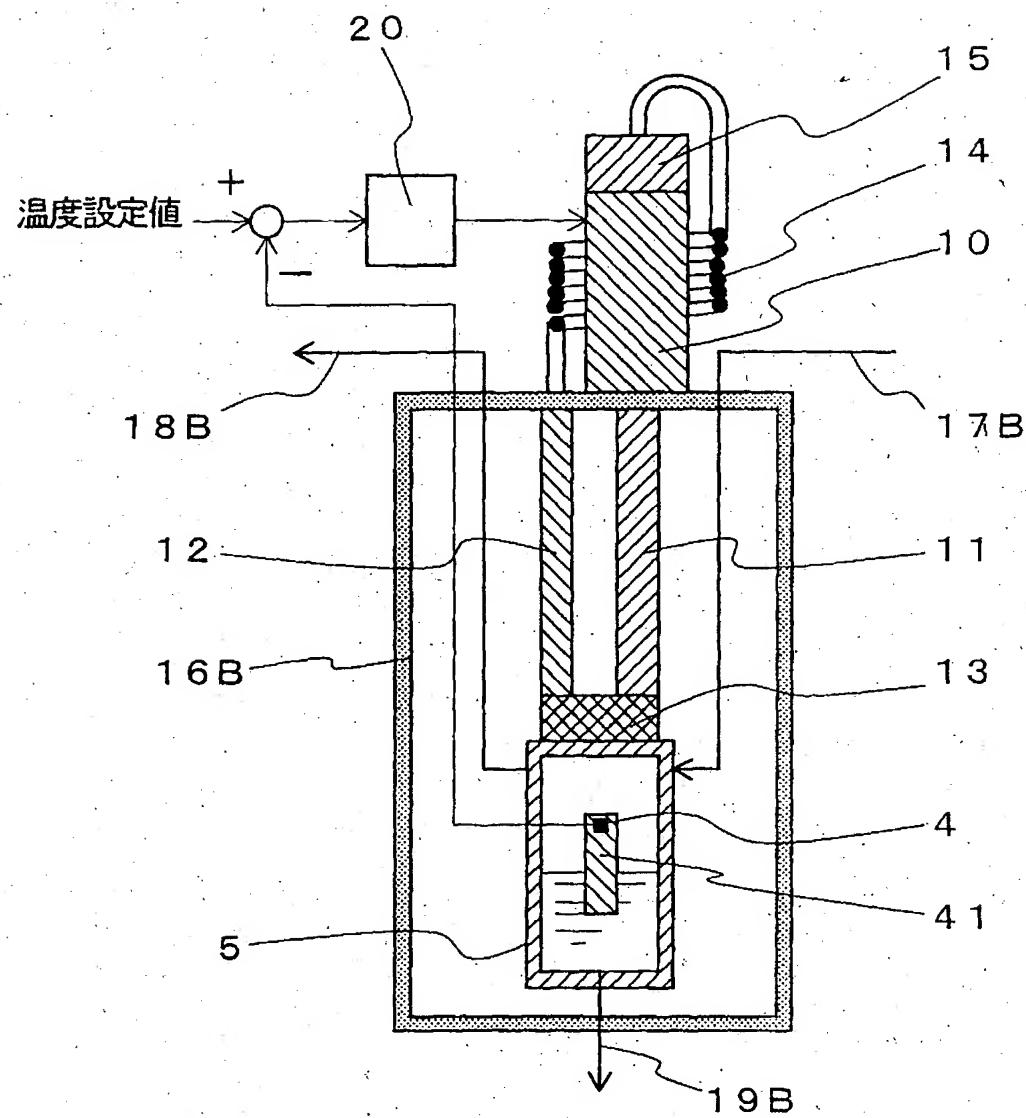
【図1】



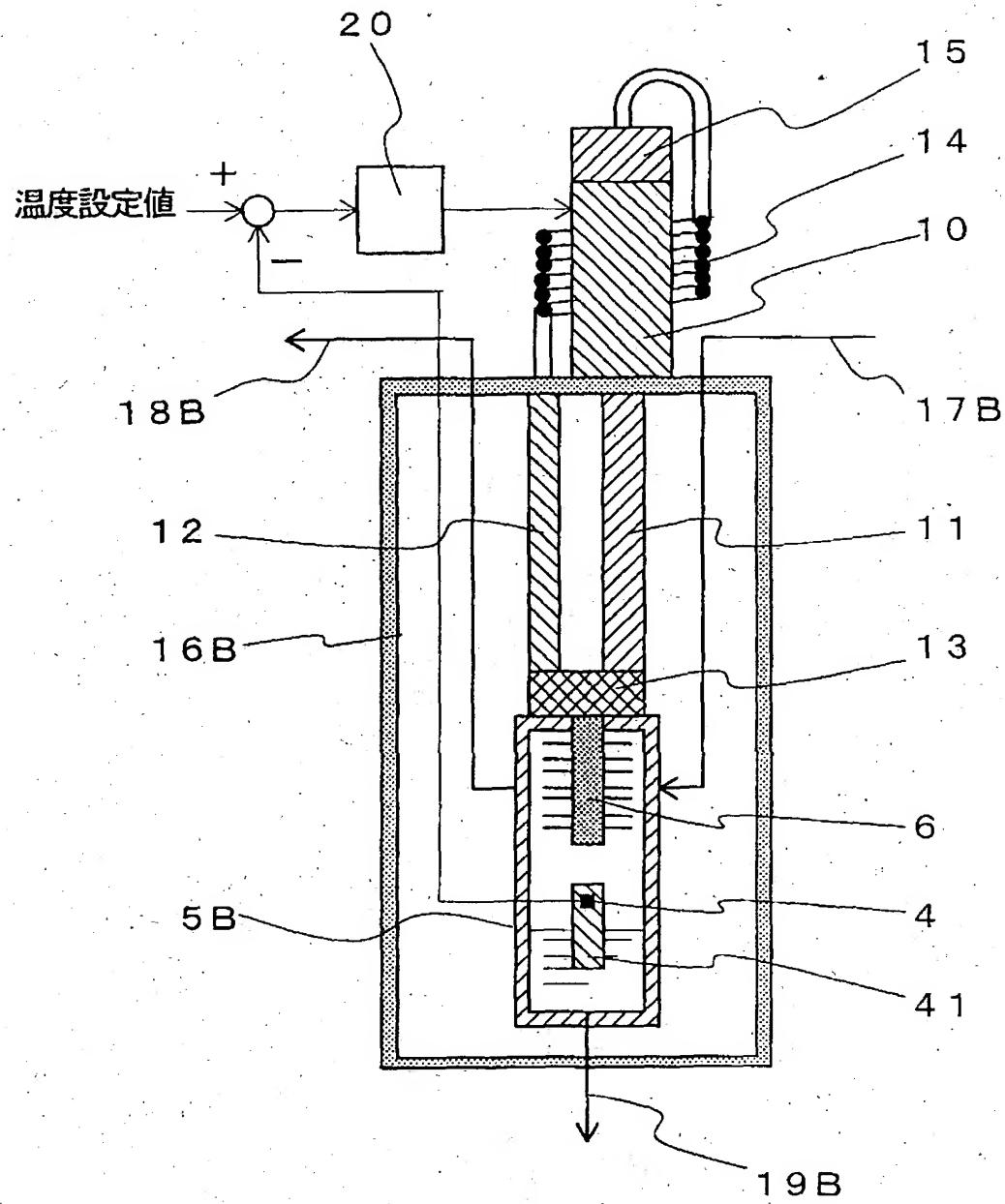
【図2】



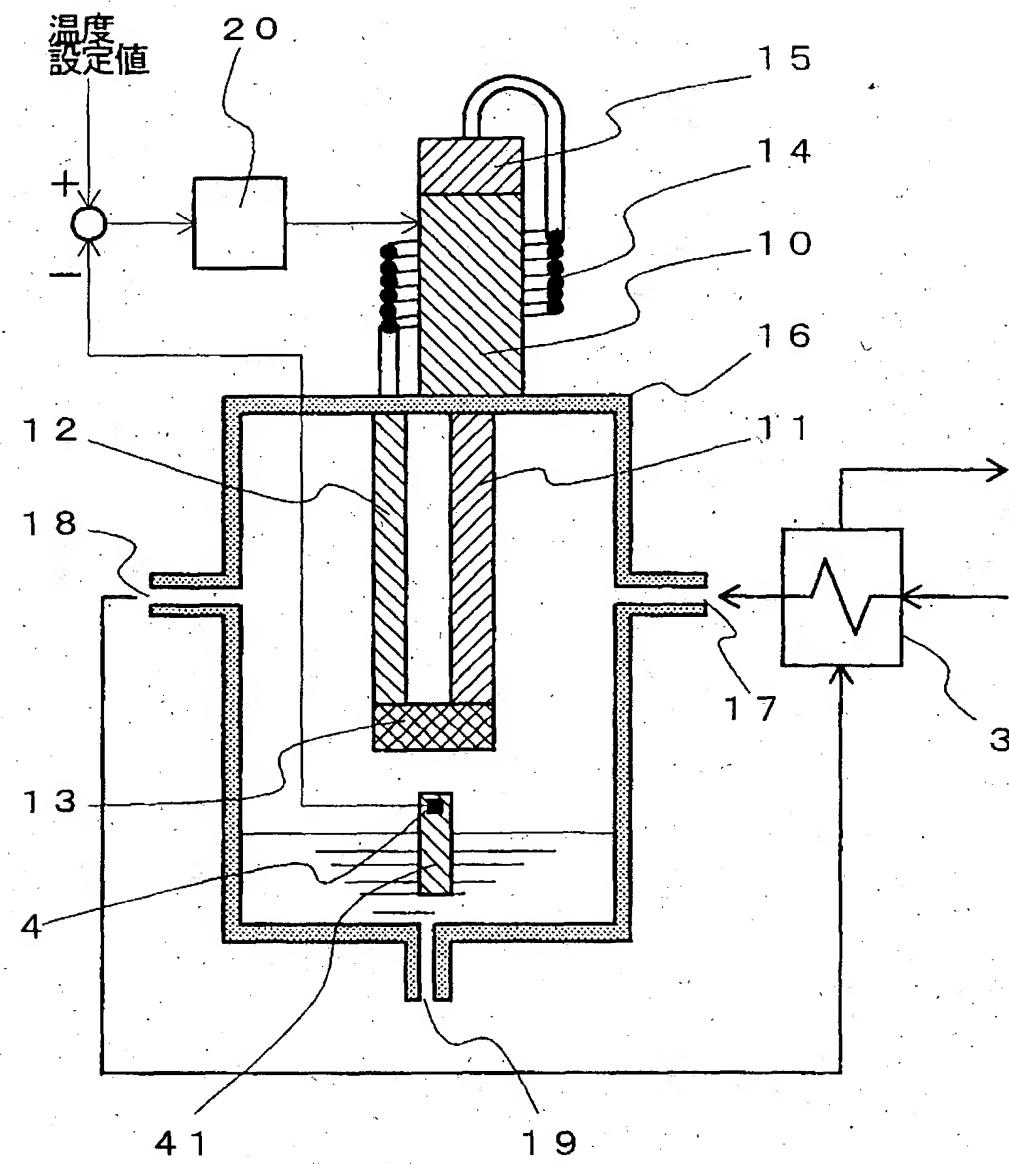
【図3】



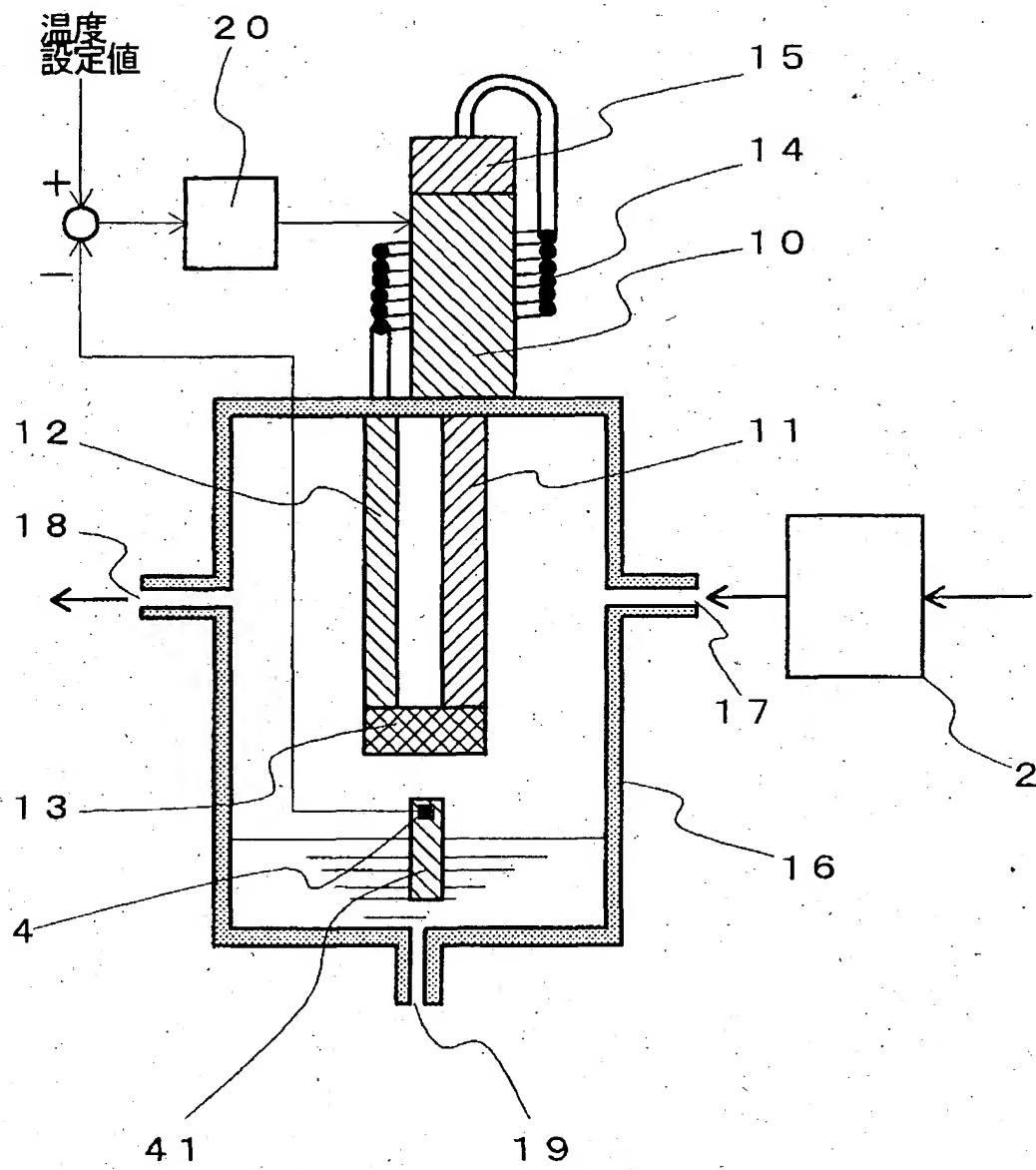
【図4】



【図5】



【図6】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 窒素およびアルゴンと効果的に分離され、酸素濃度が99.5%以上の高純度の液体酸素が得られる製造方法を得る。

【解決手段】 スターリングサイクル冷凍機であるパルスチューブ冷凍機のコールドヘッド13を取り囲む容器16に空気を導入し、酸素の液化温度以下で、かつアルゴンの液化温度以上の温度に冷却し、液化された酸素から気体状態の窒素とアルゴンを分離する。

【選択図】 図1

【書類名】 手続補正書

【整理番号】 01P01411

【提出日】 平成14年 7月 4日

【あて先】 特許庁長官 殿

【事件の表示】

【出願番号】 特願2002-191673

【補正をする者】

【識別番号】 000005234

【氏名又は名称】 富士電機株式会社

【代理人】

【識別番号】 100088339

【弁理士】

【氏名又は名称】 篠部 正治

【手続補正 1】

【補正対象書類名】 特許願

【補正対象項目名】 発明者

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式
会社内

【氏名】 鴨下 友義

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式
会社内

【氏名】 松田 幹彦

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式
会社内

【氏名】 大嶋 恵司

【その他】 【発明者の変更理由】 本件の出願に係わる発明に関し
、その願書中発明者の欄における発明者として、大島
恵司と記載しましたが、この記載は正しくは、大嶋 恵
司と記載されるべきものであります。これは、願書の發
明者の欄の発明者として、大嶋 恵司と記載すべきもの
を、大島 恵司と誤ってかな漢字変換を行い、出願時に
おいてその誤りを確認することができなかつたことによ
るものであります。従いまして、上記発明者につき大嶋 恵司
と変更賜りたく宜しくお願ひ申し上げます。

【プルーフの要否】 要

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2002-191673
受付番号	50200979047
書類名	手続補正書
担当官	川崎 津夜子 1355
作成日	平成14年 7月10日

<認定情報・付加情報>

【補正をする者】

【識別番号】 000005234
 【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号
 【氏名又は名称】 富士電機株式会社

【代理人】

【識別番号】 100088339
 【住所又は居所】 東京都品川区大崎一丁目11番2号 富士テクノ
 サーベイ株式会社内
 【氏名又は名称】 篠部 正治

出願人履歴情報

識別番号 [000005234]

1. 変更年月日 1990年 9月 5日

[変更理由] 新規登録

住 所 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号
氏 名 富士電機株式会社